

锻造和热处理对 316LN 不锈钢在高温碱性溶液中  
应力腐蚀行为的影响\*郭跃岭<sup>1,2)</sup> 韩恩厚<sup>2)</sup> 王俭秋<sup>2)</sup>

1) 北京科技大学国家材料服役安全科学中心, 北京 100083

2) 中国科学院金属研究所中国科学院核用材料与安全评价重点实验室, 沈阳 110016

**摘要** 利用电子背散射衍射 (EBSD) 和显微硬度 (HV) 测量技术, 表征了原始态、锻造固溶处理态和锻造去应力处理态 316LN 不锈钢 (316LNSS) 的显微组织和残余应变. 利用 U 型弯曲应力腐蚀评价方法, 研究了 3 种材料在 325 °C, 3.5%NaOH 溶液中的应力腐蚀开裂 (SCC) 行为的差异. 结果表明, 原始态 316LNSS 的 SCC 数量最多, 裂纹扩展速率最大, 而锻造固溶处理态 316LNSS 的 SCC 敏感性最低; 原始态和锻造固溶处理态的 316LNSS 在高温碱性溶液中发生明显的沿晶应力腐蚀开裂 (IGSCC), 而锻造去应力态的 316LNSS 发生混合型 SCC; 去应力处理不能有效消除锻造过程中可能产生的条带组织, 不利于 316LNSS 整体抗 SCC 性能的提高.

**关键词** 不锈钢, 核电材料, 应力腐蚀开裂, 高温碱性溶液, 断口形貌

中图法分类号 TG171

文献标识码 A

文章编号 0412-1961(2015)06-0659-09

EFFECTS OF FORGING AND HEAT TREATMENTS  
ON STRESS CORROSION BEHAVIOR OF 316LN  
STAINLESS STEEL IN HIGH TEMPERATURE  
CAUSTIC SOLUTIONGUO Yueling<sup>1,2)</sup>, HAN En-Hou<sup>1,2)</sup>, WANG Jianqiu<sup>2)</sup>

1) National Center for Materials Service Safety, University of Science and Technology Beijing, Beijing 100083

2) Key Laboratory of Nuclear Materials and Safety Assessment, Institute of Metal Research, Chinese Academy of Science, Shenyang 110016

Correspondent: HAN En-Hou, professor, Tel: (024)23893841, E-mail: ehhan@imr.ac.cn

Supported by National Science and Technology Major Project (No.2011ZX06004-009)

Manuscript received 2014-08-21, in revised form 2014-11-19

**ABSTRACT** The reactor coolant piping in the third generation nuclear power plants of AP1000 is manufactured by integrally forging. Therefore, it is of vital importance to investigate the effects of forging and heat treatments on the stress corrosion cracking (SCC) resistance of 316LN stainless steel (316LNSS), which is the candidate material for the reactor coolant piping in AP1000 nuclear power plants. In this work, electron back scattering diffraction (EBSD) and microhardness measurements (HV) were used to characterize the microstructure and residual strain of the as-received 316LNSS, the forged and solution anneal treated 316LNSS and the forged and stress relief treated 316LNSS, respectively. The average grain size of the as-received 316LNSS was the largest, and the forged 316LNSS followed by solution anneal treatment and stress relief treatment showed no obvious differences on grain size. The as-received 316LNSS exhibited the highest residual strain followed by the forged and stress relief treated 316LNSS and then solution anneal treated 316LNSS. Besides, the residual strain in the as-received 316LNSS concentrated on grain boundaries, while the residual strain in the forged and stress relief treated

\*国家科技重大专项课题资助项目 2011ZX06004-009 资助

收到初稿日期: 2014-08-21, 收到修改稿日期: 2014-11-19

作者简介: 郭跃岭, 男, 1990 年生, 硕士生

DOI: 10.11900/0412.1961.2014.00466

316LNSS was characterized by a band-like distribution. The U-bend specimens were utilized to investigate the SCC behavior of the 3 kinds of 316LNSS specimens in high temperature caustic solution. After SCC experiments, the crack morphologies of the 3 kinds of 316LNSS specimens were examined by SEM. Then the macro and micro fracture morphologies were examined by OM and SEM, respectively. Grain morphology, residual strain and grain boundary character distribution near the SCC crack tip of the forged and stress relief treated 316LNSS were investigated using EBSD. The results showed that the forged and solution anneal treated 316LNSS exhibited the lowest SCC sensibility, while the as-received the highest, with the most cracks and the highest growth rate. The as-received and the forged and solution anneal treated 316LNSS showed obvious intergranular cracking, while the forged and stress relief treated 316LNSS showed a mixed cracking mode. The larger average grain size and higher residual strain, especially concentrating on the grain boundaries, were considered to be responsible for the highest SCC sensibility of the as-received 316LNSS. Compared with the forged and stress relief treated 316LNSS, the higher content of coincidence site lattice boundary (CSLB) and lower residual strain contributed to the lower SCC sensibility of forged and solution anneal treated 316LNSS. The stress relief treatment failed to eliminate the band-like microstructure effectively, which disadvantaged the SCC resistance.

**KEY WORDS** stainless steel, nuclear material, stress corrosion cracking, high temperature caustic solution, fractography

国际上核电先进国家的长期运行经验表明,以应力腐蚀开裂(SCC)为主要形式的材料失效问题已成为核电站构件失效的重要原因之一<sup>[1,2]</sup>,应引起足够的重视.国内外对核电结构材料在高温高压水中的SCC行为已经进行了大量的研究<sup>[2-5]</sup>,结果表明金属在高温高压水中的SCC裂纹的萌生和扩展速率的影响因素主要包括辐照、应力水平、水化学参数(温度、pH值、溶氧和溶氢等)、屈服强度和显微组织结构等. Zhang和Wang<sup>[4]</sup>采用直流电位降(DCPD)的方法实时检测了316L不锈钢(316LSS)在模拟压水堆运行环境中的应力腐蚀裂纹的扩展速率(CGR),发现CGR随溶氧量的增加而增加,并表现出明显的沿晶应力腐蚀开裂(IGSCC)特征. Lu等<sup>[6]</sup>研究发现,在高温高压水条件下,一维热轧之后的304L不锈钢在不同取样方向上表现出不同的CGR,这与其组织的各向异性和加载方向有关.

不锈钢在高温碱性溶液中SCC敏感性较大,因此这是一种快速评价不锈钢在极端条件下服役可靠性的方法,对核电结构材料的选材具有十分重要的意义<sup>[7,8]</sup>. Yang等<sup>[7]</sup>比较了蒸气发生器用材690和800合金在沸腾50%NaOH(质量分数)溶液中的SCC行为,发现690合金表面氧化膜Cr含量较高,提高了氧化膜的保护性,从而降低了其SCC敏感性.

我国正在建设的第三代核电站AP1000的主管道(冷却剂管道)选用316LN不锈钢(316LNSS)整体锻造成形,但目前的研究大多集中在铸态或冷加工处理后不锈钢和镍基合金的SCC行为<sup>[3,9,10]</sup>,而关于锻造态不锈钢在高温高压水中的SCC行为的研究则相对较少. 本工作结合实际核电主管道的制备工

序,分析了锻造和热处理工艺对316LNSS在高温碱性溶液中SCC敏感性的影响,为我国大型厚壁一回路主管道的制备工艺优化提供数据支持.

## 1 实验方法

采用核电站主管道用316LNSS,其化学成分(质量分数,%)为: C 0.010, Cr 17.07, Ni 12.87, Mn 1.35, S 0.003, P 0.023, N 0.12, Si 0.26, Cu 0.06, Mo 2.21, Fe余量. 首先对材料进行多向锻造,锻造比7,再分别采用固溶处理和去应力处理,具体的锻造和热处理工艺图见文献[11],共得到3种不同加工工艺的材料:原始态材料(S0),锻造且固溶处理的材料(S71),锻造且去应力处理的材料(S72). 3种材料的常温力学性能如表1所示.

采用线切割的方法分别切取尺寸为10 mm × 10 mm × 2 mm的试样,利用金相砂纸将样品表面逐级打磨至2000号,再利用金刚石抛光膏机械抛光至2.5 μm. 一部分样品用10%草酸水溶液(质量分数)电解刻蚀,然后用XL30FEG扫描电子显微镜(SEM)观察晶界和晶粒内部的夹杂物;另一部分样品用MHVD-1000AP型数显显微硬度计测量其表面显微Vickers硬度,测定参数为:载荷200 g,保持时间15 s,每个样品测定10个点,间距为1 mm. 利用电子背散射衍射技术(EBSD)来表征316LNSS晶界结构和残余应变的分布,EBSD扫描在XL30FEG SEM上完成,样品的制备和数据分析见文献[11],S0的EBSD结果已在文献中[11]给出,本工作中列出S0的EBSD结果以更好的比较这3种样品之间的差别.

根据ASTM G30标准制备U型弯曲样品,样品

尺寸为 50 mm×15 mm×2 mm, 如图 1 所示. 首先利用水砂纸将片状样品的 6 个表面打磨至 400 号, 使其表面粗糙度满足  $0.14\text{ }\mu\text{m}<R_a<0.20\text{ }\mu\text{m}$ , 然后利用 SFL-5-350 型疲劳试验机对样品进行 U 型弯曲, 并用材质为 316L 不锈钢的螺栓紧固 U 弯后的样品, 同时保持其两臂平行. 每种材料制备 3 个平行样品. 实验之前用 Leica S6D 型体视学显微镜 (OM) 检查试验是否有表面缺陷, 并在丙酮酒精双相溶液中彻底超声清洗后干燥备用.

U 弯样品的浸泡实验在纯 Ni 内衬的静态高压釜中进行. 采用分析纯级别的 NaOH 和去离子水配置质量分数为 3.5% 的实验溶液. 开始升温前, 先在 70 °C 下利用高纯 N<sub>2</sub> 对溶液除氧 4 h. 之后升温至 325 °C, 保温 52 h. 实验过程中升温需要约 5 h, 从 325 °C 降至室温需要约 12 h.

浸泡实验结束后, 取部分样品先在液氮中浸泡约 1.5 h, 然后沿裂纹扩展方向将样品断开, 用 OM 观察断口的宏观形貌, 利用 SEM 观察断口的微观形貌和裂纹扩展路径. 为研究裂纹扩展路径与晶界结构和残余应变分布的关系, 选择 S72 材料的 U 型弯曲样品进行 EBSD 扫描. 带裂纹 EBSD 样品的制备方式为: 将 S72 样品的截面逐级打磨至 2000 号, 再利用金刚石抛光膏机械抛光至 1.5  $\mu\text{m}$ , 最后用晶粒尺寸为 0.02  $\mu\text{m}$  的 SiO<sub>2</sub> 悬浮液手动抛光 3 h 以去除表面残余应力层. EBSD 扫描步长为 2  $\mu\text{m}$ , 数据的采

集和分析见文献[11].

2 实验结果

2.1 显微组织和残余应变

图 2 为 3 种 316LNSS 样品的 EBSD 像. 可以看出, 3 种样品内部存在大量孪晶, 晶粒大小不均匀, 统计出 S0, S71 和 S72 的平均晶粒尺寸分别为 463.6, 157.2 和 191.1  $\mu\text{m}$ . 锻造后的 316LNSS 并未出现粗大的原始晶粒, 因而所有试样均完成再结晶过程. 316LNSS 为单相奥氏体不锈钢, 加热和冷却的过程中不发生相变, 因而锻造处理能够减小晶粒尺寸, 热处理过程对 316LNSS 的晶粒尺寸没有明显影

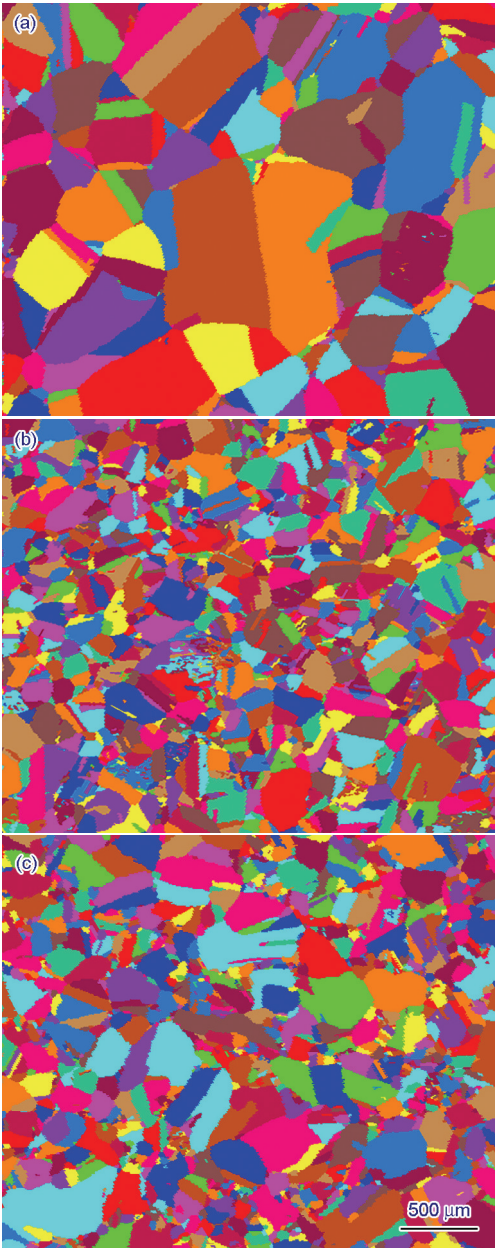


图 2 3 种 316LNSS 样品的 EBSD 像

Fig.2 EBSD images of S0 (a)<sup>[11]</sup>, S71 (b) and S72 (c) specimens

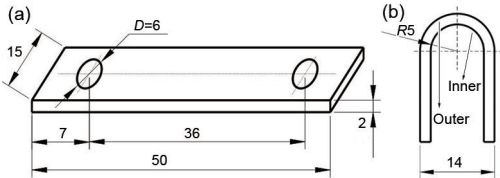


图 1 U 型弯曲试样的尺寸示意图

Fig.1 Schematic diagram of U-bend 316LNSS specimens before (a) and after (b) bending (unit: mm; D—diameter)

表 1 316LN 不锈钢(316LNSS)的常温力学性能

Table 1 Mechanical properties 316LN stainless steel (316LNSS) at room temperature

Specimen	$R_{p0.2}$ / MPa	$R_m$ / MPa	$A$ / %	$Z$ / %
S0	400	603	46	81
S71	267	572	56	82
S72	320	578	50	80

Note:  $R_{p0.2}$ —yield strength,  $R_m$ —tensile strength,  $A$ —elongation after fracture,  $Z$ —reduction of area; S0—as received specimen; S71—forged and solution anneal treated specimen; S72—forged and stress relief treated specimen



响. 图3为3种样品的SEM图像, 可以看出, 3种材料内部的夹杂物的数量非常少, 尺寸约为 $3\ \mu\text{m}$ , 且晶粒内部和晶界均有分布, 由EDS结果(未列出)分析可知, 316LN SS内部夹杂物大多是含Al氧化物, 部分氧化物含有Ca, Mg, Nb等元素.

图4是3种316LNSS样品在室温条件下的显微硬度. 可以看出, 其硬度大小为:  $S0 > S72 > S71$ . Carlsson和Larsson<sup>[12]</sup>证实了材料的显微硬度与其应变硬

化程度有很好的对应关系, 但与残余应力无精确的对应关系, 因此显微硬度的测量结果表明, S0的残余应变程度最大, S72次之, S71的残余应变程度最小.

KAM (kernel average misorientation)图可以定量表征材料内部的微观应变, 3种316LNSS样品的KAM图如图5所示. 由图可知, S0, S71和S72的KAM平均值分别为1.01, 0.46和0.91, 表明S0内部的残余应变最大, S71内部的残余应变最小. 同时可以看出, S0与S71和S72内部的残余应变的分布存在



图3 3种316LNSS样品内部夹杂物的SEM像

Fig.3 SEM images of inclusion in S0 (a), S71 (b) and S72 (c) specimens

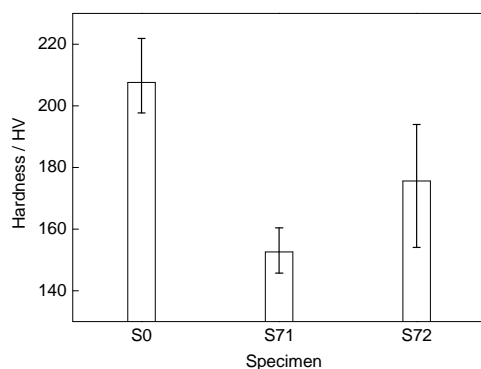


图4 室温下3种316LNSS样品的显微硬度

Fig.4 Vickers hardness of 3 kinds of 316LNSS at room temperature

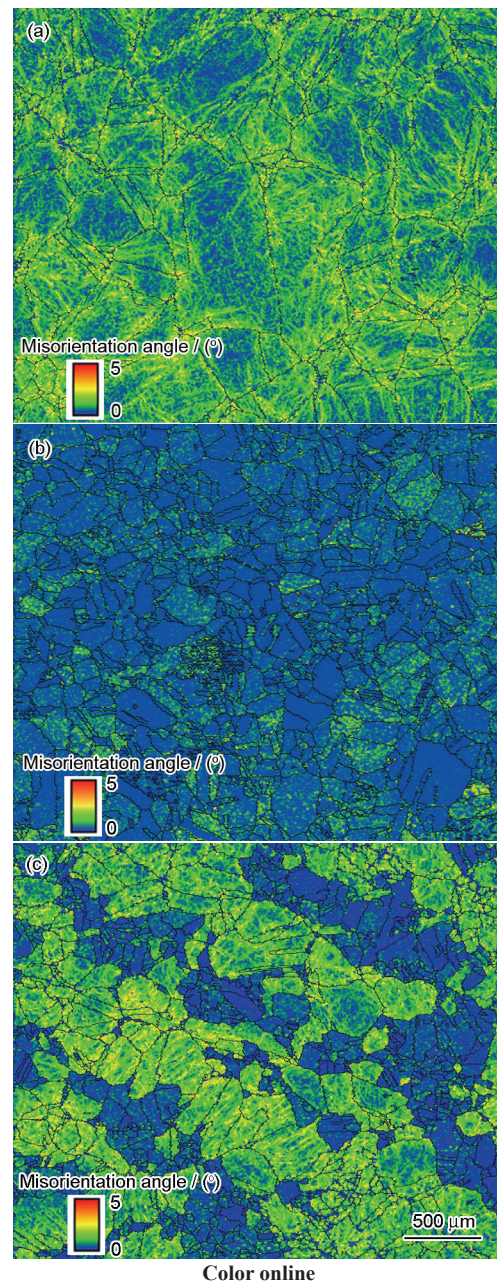


图5 3种316LNSS样品的KAM (kernel average misorientation)像

Fig.5 Kernel average misorientation (KAM) graphs of S0 (a)<sup>[11]</sup>, S71 (b) and S72 (c) specimens



着明显的不同: S0 内部的残余应变集中分布在晶界附近, 而 S71 和 S72 均分布在晶粒内部, 尤其对 S72 而言, 残余应变的分布表现出很大的不均匀性, 残余应变较大的晶粒相互连接, 并呈“条带”状分布。

图 6 是 3 种 316SS 样品的晶界特征图, 图中绿色线代表小角度晶界 (low angel boundary, LAB), 红色线代表重合位置点阵晶界 (coincidence site lattice

boundary, CSLB), 蓝色线代表大角度晶界 (random grain boundary, RGB), 背景的灰度代表晶粒平均图像质量 (grain average image quality)。不同晶界的含量, 即晶界特征分布 (grain boundary character distribution, GBCD) 如表 2 所示。可以看出, LAB 分布密集的位置的颜色较深, 表示其微观应变较大; 与 S72 相比, S71 的 CSLB 含量较高, 而 LAB 含量较低, RGB 含量相差不大。与图 5b 中“条带状”对应的晶界均为 RGB, 同时含有较多的 LAB。LAB 由排列的位错组成, 因而 LAB 含量高的位置的位错密度较高, 其微观应变也较大。

锻造和热处理影响了热变形或热处理过程中 316LNSS 的再结晶行为, 从而对其晶粒尺寸、残余应变程度及分布和晶界特征均产生明显的影响, 具体的分析见文献[11]。

2.2 SCC 敏感性

表 2 3 种 316LNSS 样品的晶界特征分布 (GBCD)

Table 2 Grain boundary character distribution (GBCD) of 3 kinds of 316LNSS

Specimen	LAB	CSLB	RGB
S0	0.30	0.23	0.47
S71	0.02	0.53	0.48
S72	0.21	0.29	0.50

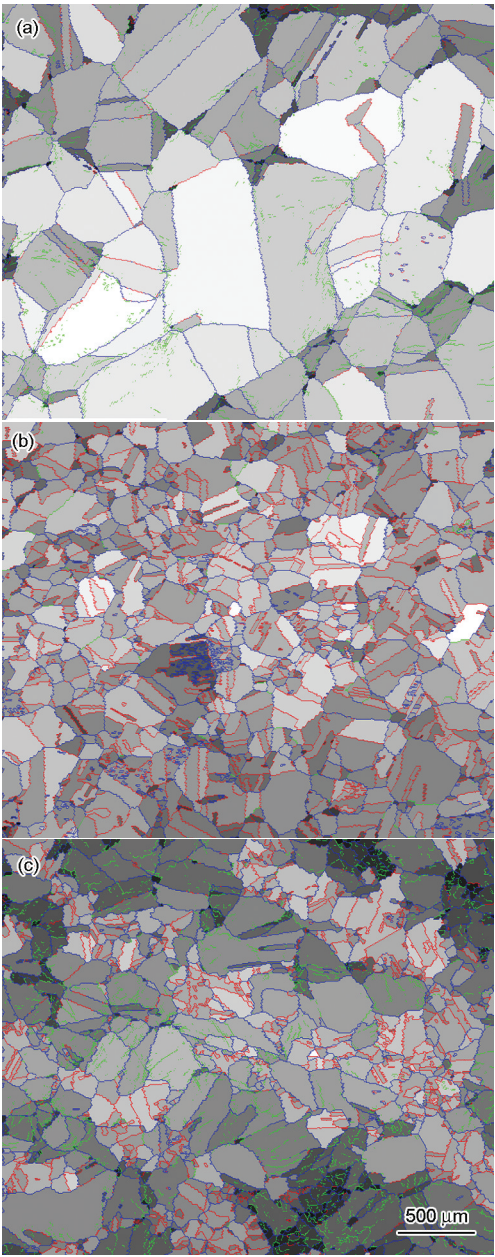


图 6 3 种 316LNSS 样品的晶界特征图

Fig.6 Grain boundary mappings of S0 (a)<sup>[11]</sup>, S71 (b) and S72 (c) specimens (Background gray indicates grain average image quality (GAIQ); the green, red and blue lines represent LAB (low angel boundary), CSLB (coincidence site lattice boundary) and RGB (random grain boundary), respectively)

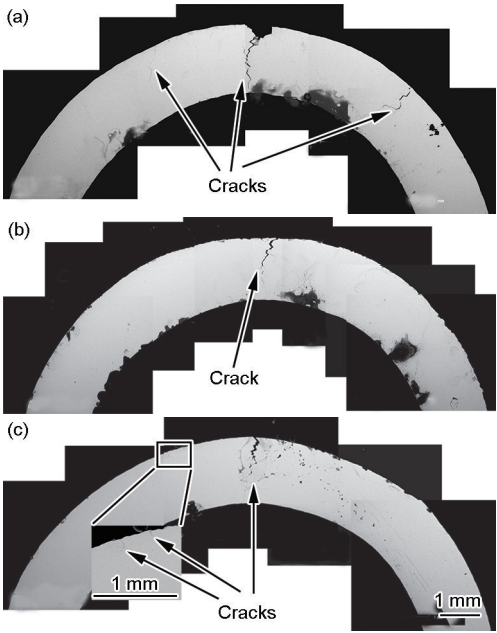


图 7 3 种 316LNSS 样品在高温碱性溶液中经应力腐蚀开裂(SCC)实验后的截面形貌

Fig.7 Cross sectional morphologies of S0 (a), S71 (b) and S72 (c) specimens after stress corrosion cracking (SCC) test (The inset shows the magnified image of the rectangle area in Fig.7c)

chinaXiv:202303.00620v1

图7是SCC实验后316LNSS的U型弯曲样品的截面SEM像.可以看出, S0, S71和S72的U型弯曲样品的SCC裂纹均优先在外表面顶端处萌生和扩展. Lu等<sup>[13]</sup>利用X射线衍射技术(XRD)的方法证实了U型弯曲试验外表面顶端处的残余应力较大, 且均为残余拉应力, 是SCC敏感性最大的位置. 需要注意的是, 这3种样品中间的主裂纹已经基本穿透了样品, 只是S0样品的主裂纹较为粗大, 更容易观察到. SCC裂纹的数量和长度可以反映出样品的SCC敏感性. 除样品中间的裂纹外, S0和S72样品的其它位置也发生开裂, 表明其SCC敏感性较大.

图8是SCC实验后U型弯曲样品顶端的裂纹形貌. S0的最明显的特征在于样品顶端发生了多处开裂, SCC敏感性最高; S71的裂纹基本都在SCC弯曲样品的顶端处萌生和扩展; S72的裂纹呈斜线分布, 表明其样品顶端不同位置的SCC敏感性不同, 裂纹的萌生时间和扩展速率也不同.

3种材料的U型弯曲样品主裂纹的宏观断口形貌如图9所示. 其中, U型弯曲样品取出后在空气中手动断开的区域较亮, 而在高温碱性溶液中的SCC裂纹扩展的区域颜色较暗. 316LNSS在高温碱性溶液中具有很大的SCC敏感性, 浸泡52 h后已经发生严重的SCC开裂; 样品厚度方向上3种样品的SCC裂纹平均长度的顺序为: S0 > S72 > S71; S0与S71的SCC裂纹较为平直, 而S72的SCC裂纹长度波动较大, 表明S72不同位置处SCC裂纹的萌生和扩展的速率相差较大, 而S0与S71样品内部不同位置的SCC裂纹的萌生和扩展的速率没有明显的差别.

图10是3种U型弯曲样品主裂纹的断口形貌. 由图可知, S0的晶粒尺寸明显大于S71和S72, 与

EBSD结果一致. S0和S71表现出明显的沿晶脆性断裂的冰糖状形貌, 而S72的断口形貌表现出既有穿晶型(解理断裂)又有沿晶型的混合开裂模式. 3种样品的断口形貌与690合金在酸性NaCl溶液中

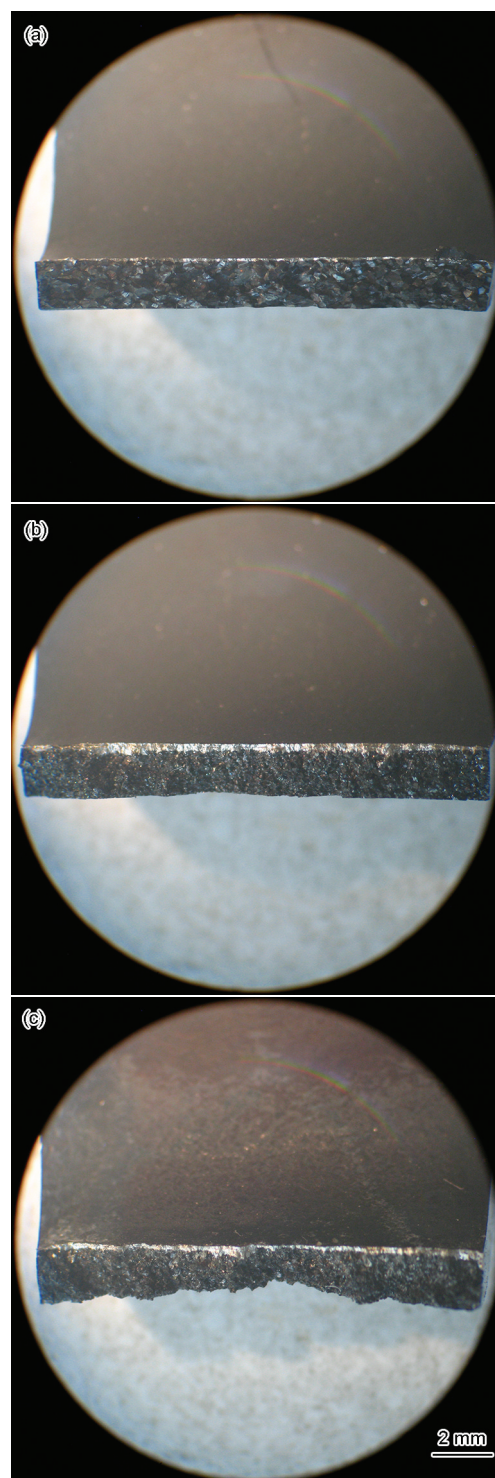


图9 3种316LNSS样品在高温碱性溶液中SCC实验后裂纹的宏观断口形貌

Fig.9 Macro fracture morphologies of cracks in S0 (a), S71 (b) and S72 (c) specimens after SCC test in high temperature caustic solution

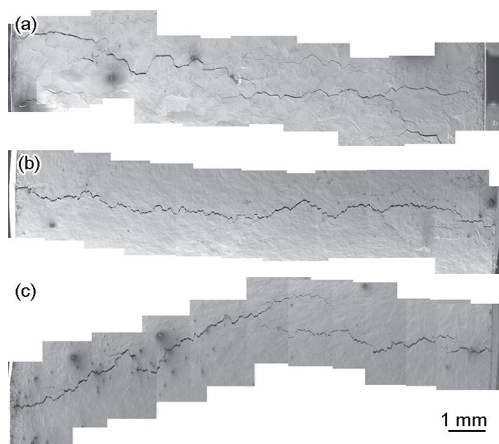


图8 3种316LNSS样品在高温碱性溶液中SCC实验后样品顶部的裂纹形貌

Fig.8 Crack morphologies on top surface of S0 (a), S71 (b) and S72 (c) specimens after SCC test



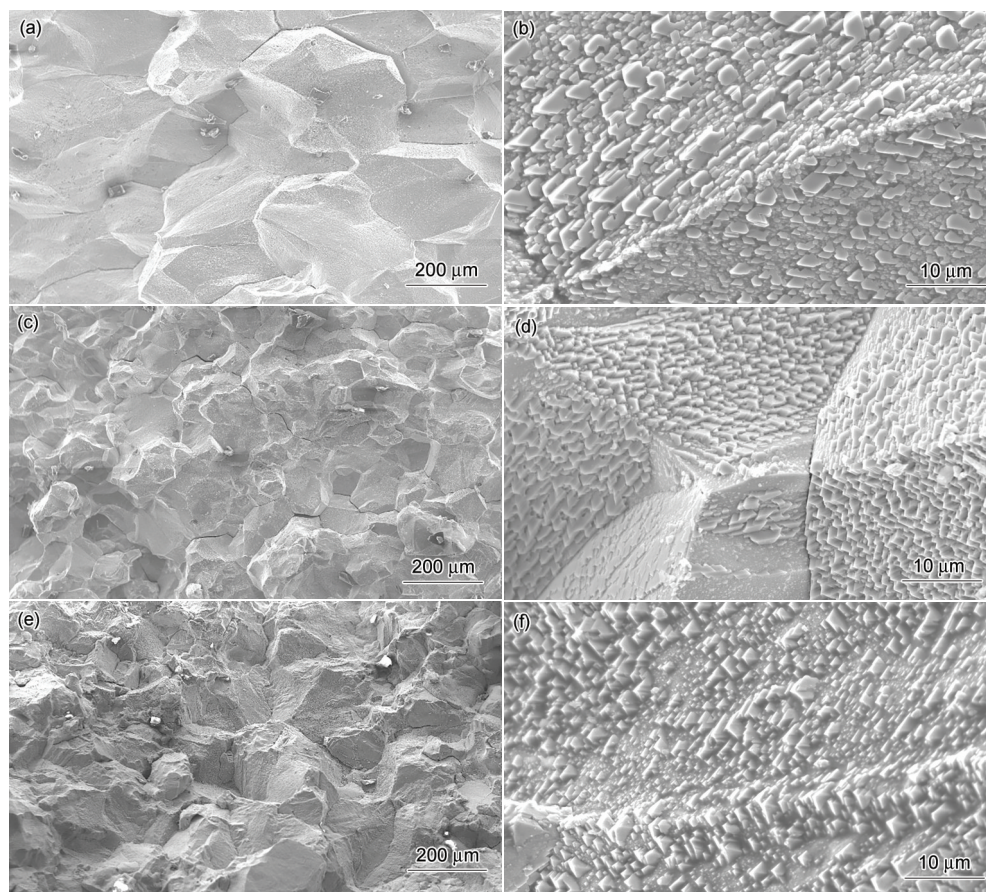


图 10 3 种 316LNSS 样品在高温碱性溶液中 SCC 实验后裂纹的断口形貌

Fig.10 Fracture morphologies of S0 (a, b), S71 (c, d) and S72 (e, f) specimens after SCC tests in high temperature caustic solution at low (a, c, e) and high (b, d, f) magnification

腐蚀形貌很相似<sup>[14]</sup>, 并且根据 Cr-H<sub>2</sub>O 体系在 300 °C 下的电位-pH 图<sup>[15]</sup>和其它研究结果<sup>[16,17]</sup>, 在强碱性条件下, Cr 可能以 CrO<sub>4</sub> 形式存在, 处于热力学不稳定状态, 因而形成的氧化膜也缺乏保护性. 因此, 316LNSS 在高温 NaOH 溶液中发生活性溶解, 其 SCC 机制应为阳极溶解型应力腐蚀机理<sup>[18,19]</sup>.

图 11 是 S72 样品的裂纹尖端及其附近的 EBSD 像. 由于 U 型弯曲样品制备过程中发生剧烈的塑性变形, 因而带裂纹的 S72 样品的 EBSD 像与图 5 和 6 存在很大的不同. 可以看出, 此截面处发生沿晶应力腐蚀开裂 (IGSCC). RGB 是裂纹优先扩展的路径, 部分 SCC 裂纹终止于 CSLB; SCC 裂纹沿残余微观应变较大的位置扩展. 同时, S72 发生混合型 SCC, 即部分晶粒发生 IGSCC, 部分晶粒发生穿晶应力腐蚀开裂 (TGSCC), 而图 11 的 EBSD 像反映的是一个截面的 SCC 扩展的路径, 表明这部分晶粒发生 IGSCC.

### 3 分析讨论

金属的 SCC 行为是介质环境因素、力学因素和

敏感的材料组织共同作用的结果, 其中影响 SCC 敏感性的材料因素主要包括屈服强度、晶粒尺寸、晶界结构、晶界化学与碳化物和残余应力/应变的分布等. 本工作所采用的 316LNSS 内部的夹杂物和晶界析出物的数量非常少 (图 3), 尺寸也很小, 因而将根据屈服强度、残余应变、晶粒尺寸和晶界特征来分析锻造和热处理对 316LNSS 在高温碱性溶液中 SCC 行为的影响.

#### 3.1 屈服强度对 SCC 行为的影响

屈服强度表征了材料的宏观力学性能, 屈服强度不同的材料往往表现出不同的 SCC 敏感性<sup>[20,21]</sup>. 3 种 316LN 样品的屈服强度 ( $R_{p0.2}$ ) 越大, 其 SCC 裂纹也较长, 即 SCC 敏感性越大, 这与不锈钢在高温高压水中裂纹扩展速率随屈服强度增大而增大的规律是一致的<sup>[20,21]</sup>. 从工程意义来讲, 锻造和热处理改变了 316LNSS 的屈服强度, 从而引起了其 SCC 敏感性的不同. Shoji 等<sup>[21]</sup>认为, 屈服强度较高的材料内部的应变梯度较大, 而其裂纹尖端的塑性区较小, 影响了 SCC 的扩展速率. 尽管屈服强度影响材料



SCC行为的机理还不清楚, Terachi等<sup>[20]</sup>给出了屈服强度与不锈钢在高温高压水中CGR之间的经验公式, 即CGR与屈服强度成正比. 对核电结构材料而言, 辐照和冷加工等均会引起金属屈服强度的增加, 而屈服强度的改变与材料显微组织结构密切相关, 因而更需要从材料组织和微观应变角度来分析锻造和热处理对316LNSS的SCC敏感性的影响.

### 3.2 残余应变对SCC行为的影响

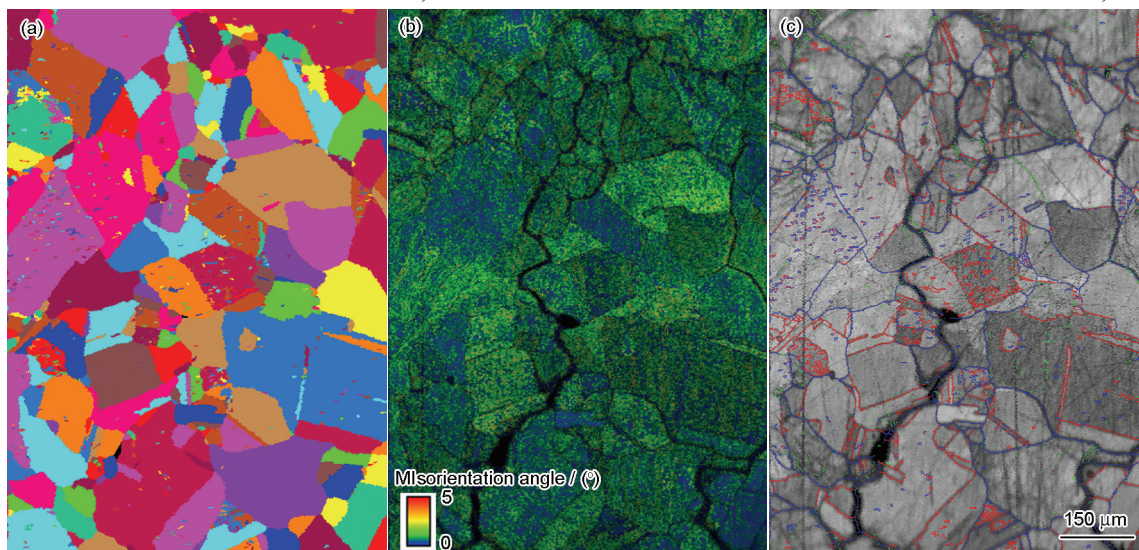
Hou等<sup>[22,23]</sup>认为, 冷加工态600合金晶界处的应变集中是引起其在高温高压水中SCC敏感性增加的重要原因. 不同冷加工程度的不锈钢内部残余应变程度不同, 其CGR也表现出明显的不同<sup>[20]</sup>. 316LNSS在高温NaOH溶液中发生阳极溶解(图10), 而较高的残余应变可能会进一步加速金属的活性溶解<sup>[24]</sup>, 从而促进SCC的萌生和扩展. 图11也表明, S72样品内SCC优先沿残余应变程度大的位置扩展. S0与S71, S72的残余应变分布存在明显的不同(图5), 结合其SCC裂纹的断口形貌(图10)可以看出, 残余应变对SCC的扩展速率和扩展路径均有明显的影响: S0晶界附近存在明显的应变集中, 促进了IGSCC的扩展, 并且发生多处开裂(图7和8); S71发生IGSCC, 但残余应变最小, 晶界附近应变集中程度较小, 所以其SCC裂纹扩展的速率最慢; S72样品内裂纹既沿着晶界扩展, 又可能由于部分晶粒内部残余应变较大而促进了316LNSS的活性溶解<sup>[24]</sup>, 因而S72发生混合型的SCC开裂模式. 整体而言, S72的残余应变程度介于S0和S71之间, 则其SCC

裂纹的扩展速率也介于S0与S71之间. 另外, S72样品的SCC裂纹长度不均匀的特点(图9)可能与样品整体上残余应变的分布不均匀有关(图5c). 根据图11的结果, 对于锻造热处理后的材料, 对于残余应变程度相差较大的相邻晶粒, 它们之间晶界处的残余应变梯度较大而成为SCC优先扩展的位置. 总之, 晶界应变集中的分布方式增大了原始态316LNSS的SCC敏感性, 而锻造及随后的热处理通过改变这种残余应变的分布方式而提高了材料抗SCC性能, 同时与去应力处理相比, 锻造后的固溶处理能够明显的降低材料内部的残余应变, 并能消除残余应变的不均匀分布, 从而提高了316LNSS整体的抗SCC性能.

### 3.3 晶粒尺寸和晶界结构对SCC的影响

金属的晶粒尺寸不同, 意味着晶界含量不同, 三叉界角的数量也就不同. SCC裂纹通常在三叉界角处萌生, 并直接扩展至下一个三叉界角处, 并在此三叉界角处被吸收而停止扩展, 进一步的扩展需要SCC裂纹不断的在三叉界角处重新萌生, 因而三叉界角越多, 裂纹扩展所需的阻力越大<sup>[13]</sup>. S0的平均晶粒尺寸明显大于S71和S72(图2), 这也可能是S0的SCC裂纹长度明显大于S71和S72的原因之一. S71和S72的晶粒尺寸相差不大, 其SCC敏感性的差异可能由其他因素, 如屈服强度、残余应变程度以及晶界结构等的不同而引起的.

金属的晶粒尺寸相差不大时, 可以比较其晶界结构的差异. 本工作中将晶界分为LAB, CSLB和



Color online

图11 S72试样的SCC裂纹尖端及其附近区域的EBSD像

**Fig.11** Grain morphology (a), KAM graph (b) and grain boundary character distribution (c) near the SCC crack tip of S72 specimen (The background gray indicates image quality (IQ); green lines represent LAB, red lines represent CSLB, blue lines represent RGB)



RGB 3 种类型的晶界, 其中 CSLB 被称为“特殊晶界”, 是排列有序的低能晶界, 具有优异的抗 SCC 性能<sup>[1,22,25]</sup>。另外, Alexandreanu 和 Was<sup>[26]</sup>研究认为, Ni-16Cr-9Fe 合金在高温高压水中的 IGSCC 行为与晶界发生形变的能力存在着因果关系, 且 CSLB 不易变形而具有较好的抗 SCC 能力。与 S72 相比, S71 的 CSLB 含量明显较高 (表 2), 因而其 SCC 裂纹的平均扩展速率较小。S72 最明显的特征发生混合型 SCC, 除了与残余应变有直接的关系外, 也可能是由于裂纹在晶界处萌生后<sup>[18]</sup>, 由于部分晶粒内部存在大量的 LAB (表 2 和图 6), 为穿晶开裂提供了有利位置。

另外, 与 S71 相比, S72 内部晶粒尺寸的不均匀性更大, 并且与图 5b 中条带状对应的晶粒尺寸也较大, 即 S72 中的条带状组织不仅残余应变较大, 而且晶粒尺寸也较大, 晶界也基本属于 RGB, 这会降低 316LNSS 的抗 SCC 性能<sup>[6]</sup>。因此, 根据本工作实验结果, 实际生产过程中锻造后应采用固溶处理的方式, 以消除锻造过程中可能产生的“条带状”组织。

#### 4 结论

(1) 316L 不锈钢(316LNSS)在高温碱性溶液中发生活性溶解, 具有很高的应力腐蚀开裂敏感性, 浸泡 52 h 后发生明显的应力腐蚀开裂现象。锻造和热处理通过改变 316LNSS 的屈服强度、残余应变、晶粒尺寸和晶界结构等因素而影响其在高温碱性溶液中的应力腐蚀开裂行为。

(2) 原始态和锻造且固溶处理态的 316LNSS 在高温碱性溶液中发生明显的沿晶应力腐蚀开裂, 而锻造且去应力态的 316LNSS 发生混合型应力腐蚀开裂, 主要由局部晶粒内部残余应变较大、小角度晶界含量较高所引起的。

(3) 原始态 316LNSS 内部残余应变集中分布在晶界附近, 而锻造并热处理后的 316LNSS 的残余应变分散在晶粒内部, 表明锻造及随后的热处理能够降低残余应变并改善其分布方式, 从而抑制了裂纹的萌生和扩展。但去应力处理不能消除锻造过程中可能产生的“条带”组织, 其内部残余应变较大、晶粒尺寸也较大且晶界基本是大角度晶界, 不利于 316LNSS 整体抗应力腐蚀开裂性能的提高, 因而实际主管道锻造成形后建议进行固溶处理。

#### 参考文献

[1] Han E-H. *Acta Metall Sin*, 2011; 47: 769

(韩恩厚. 金属学报, 2011; 47: 769)

[2] Zinkle S J, Was G S. *Acta Mater*, 2013; 61: 735

[3] Andresen P L, Morra M M. *J Nucl Mater*, 2008; 383: 97

[4] Zhang L, Wang J Q. *J Nucl Mater*, 2014; 446: 15

[5] Ma C, Peng Q J, Han E-H, Ke W. *J Chin Soc Corros Prot*, 2014; 34: 37

(马成, 彭群家, 韩恩厚, 柯伟. 中国腐蚀与防护学报, 2014; 34: 37)

[6] Lu Z, Shoji T, Dan T, Qiu Y, Yonezawa T. *Corros Sci*, 2010; 52: 2547

[7] Yang W, Lu Z, Huang D, Kong D, Zhao G, Congleton J. *Corros Sci*, 2001; 43: 963

[8] Berge P, Donati J R, Prieux B, Villard D. *Corrosion*, 1977; 33: 425

[9] Meng F, Lu Z, Shoji T, Wang J Q, Han E-H, Ke W. *Corros Sci*, 2011; 53: 2558

[10] Lu Y H, Chen Z R, Zhu X F. *J Univ Sci Technol Beijing*, 2013; 35: 1320

(陆永浩, 陈子瑞, 朱晓峰. 北京科技大学学报, 2013; 35: 1320)

[11] Guo Y, Han E-H, Wang J Q. *J Mater Sci Technol*, 2015; 31: 403

[12] Carlsson S, Larsson P L. *Acta Mater*, 2001; 49: 2179

[13] Lu J Z, Luo K Y, Yang D K, Cheng X N, Hu J L, Dai F Z, Qi H, Zhang L, Zhong J S, Wang Q W, Zhang Y K. *Corros Sci*, 2012; 60: 145

[14] Wang S, Wang J Q. *Corros Sci*, 2014; 85: 183

[15] Staehle R W, Gorman J A. *Corrosion*, 2003; 59: 931

[16] Zhang Z, Wang J Q, Han E-H, Ke W. *J Mater Sci Technol*, 2012; 28: 785

[17] Yu G P, Yao H C. *Corrosion*, 1990; 46: 391

[18] Zhang Z M, Peng Q J, Wang J Q, Han E-H, Ke W. *J Chin Soc Corros Prot*, accepted

(张志明, 彭青娇, 王俭秋, 韩恩厚, 柯伟. 中国腐蚀与防护学报, 已接收)

[19] Zheng J H, Bogaerts W F, Brabers M J. *Corrosion*, 1992; 48: 320

[20] Terachi T, Yamada T, Miyamoto T, Arioka K. *J Nucl Mater*, 2012; 426: 59

[21] Shoji T, Li G, Kwon J, Matsushima S, Lu Z. *Proceedings of the 11th International Conference on Environmental Degradation of Materials in Nuclear Power Systems-Water Reactors*, Warrendale, PA: TMS, 2003: 834

[22] Hou J, Peng Q J, Shoji T, Wang J Q, Han E-H, Ke W. *Corros Sci*, 2011; 53: 2956

[23] Hou J, Peng Q J, Lu Z P, Shoji T, Wang J Q, Han E-H, Ke W. *Corros Sci*, 2011; 53: 1137

[24] Meng F, Han E-H, Wang J Q, Zhang Z, Ke W. *Electrochim Acta*, 2011; 56: 1781

[25] Hu C L, Xia S, Li H, Liu T G, Zhou B X, Chen W J. *Acta Metall Sin*, 2011; 47: 939

(胡长亮, 夏爽, 李慧, 刘廷光, 周邦新, 陈文觉. 金属学报, 2011; 47: 939)

[26] Alexandreanu B, Was G S. *Corrosion*, 2003; 59: 705

(责任编辑: 罗艳芬)